



26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
NATIONAL DE PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

1er dépôt

<b>RECHERCHES EN COURS</b> 6 MARS 2003 DATE DE DÉPÔT 0302769 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 06 MARS 2003		<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) PARTUS/01/FR	
<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET DEBAY 126 ELYSEE 2 78170 LA CELLE SAINT CLOUD			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b> <input checked="" type="checkbox"/> Demande de brevet <input type="checkbox"/> Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/> Demande divisionnaire <input type="checkbox"/> Demande de brevet initiale <input type="checkbox"/> ou demande de certificat d'utilité initiale <input type="checkbox"/> Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale N° / / Date N° / / Date N° / / Date			
<b>3 TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Dispositif tournant pour chromatographe de partage centrifuge			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b> <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite » <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite »			
<b>5 DEMANDEUR</b> Norm ou dénomination sociale PARTUS TECHNOLOGIES			
Prénoms			
Forme juridique SA à conseil d'administration			
N° SIREN 4 3 8 4 2 3 0 3			
Code APE-NAF 1 4 5 Z			
Adresse Rue 2, allée Albert Caquot		Code postal et ville 51100 REIMS	Pays FRANCE
Nationalité Française			
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 540 W / 260899

**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

1er dépôt

REMARQUES  
DATE 75 INPI PARIS  
N° D'ENREGISTREMENT 0302769  
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W / 260899

<b>6 MANDATAIRE</b> Vos références pour ce dossier : (facultatif) PARTUS/01/FR		Norm DEBAY Prénom YVES Cabinet ou Société CABINET DEBAY N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel CPI 92-1066 Adresse Rue 126 EL YSEE 2 Code postal et ville 78170 LA CELLE SAINT CLOUD N° de téléphone (facultatif) 01.39.18.46.24 N° de télécopie (facultatif) 01.39.18.67.08 Adresse électronique (facultatif) Cab.Debay@wanadoo.fr	
<b>7 INVENTEUR (S)</b> Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée		<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b> Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> Etablissement immédiat <input type="checkbox"/> ou établissement différé	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b> Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :		Paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR</b> OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Y. DEBAY Mandataire (CPI 92-1066)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

## Dispositif tournant pour chromatographe de partage centrifuge

La présente invention concerne les appareillages de séparation par circulation dite à « contre-courant » de liquides. L'invention concerne plus particulièrement un dispositif tournant pour chromatographe de partage centrifuge.

La chromatographie de partage centrifuge (CPC) est une méthode de séparation liquide-liquide relevant de la définition ci-dessus. La CPC permet de séparer des composés d'un mélange entre une phase mobile et une phase stationnaire, les affinités pour les deux phases des composés à séparer étant différentes.

Dans les appareils de CPC, la séparation s'effectue dans un circuit formé par des conduits reliant en série des cellules dites cellules de partage. La phase stationnaire est maintenue dans le circuit grâce à un champ de forces centrifuges tandis que l'autre phase, mobile, circule à travers la phase stationnaire.

L'écoulement de la phase mobile à travers la phase stationnaire constitue un facteur très important pour obtenir une bonne séparation. Cet écoulement peut être amélioré en utilisant une configuration optimisée pour le circuit de chromatographie.

Il est connu, par le brevet US 4 968 428, un dispositif de chromatographie à contre-courant utilisant des disques plats empiés et entraînées en rotation. Ces disques comportent une pluralité de cellules reliées entre elles en série par des fins canaux percés ou gravés sur lesdits disques. Les disques empiés sont interconnectés par des conduites.

Le brevet FR 2 791 578 reprend le même dispositif d'anneaux empiés pour constituer un rotor cylindrique en modifiant les connexions entre les cellules et les conduits qui de radiales deviennent axiales et en inclinant les cellules par rapport aux rayons des anneaux dans un souci d'améliorer

l'efficacité du dispositif qui repose sur la dispersion du jet de phase mobile entrant dans la cellule renfermant la phase stationnaire.

Dans les deux inventions mentionnées ci-dessus, les disques sont séparés par des feuilles en Téflon® destinées à fermer les cellules et à assurer l'étanchéité du rotor formé d'un empilement alterné de disques et feuilles en Téflon formant joint. L'ensemble est maintenu en place par boulonnage. Ces dispositifs sont limités à des pressions (pertes de charges) inférieures à environ 60 bars imposées par la pression limite applicable au dispositif d'assemblage mécanique par boulons pour éviter un fluage excessif du Téflon. De tels dispositifs, utilisés pour des applications analytiques, ne sont pas adaptés pour un usage industriel.

La présente invention a donc pour objet de pallier un ou plusieurs des inconvénients de l'art antérieur en proposant un dispositif tournant robuste pour chromatographe CPC, permettant de repousser cette limitation en pression bien au-delà de la centaine de bars et pouvant être utilisé en production industrielle.

Ce but est atteint par un dispositif tournant pour chromatographe de partage centrifuge, comprenant au moins un corps cylindrique apte à être entraîné en rotation autour de son axe, ledit corps cylindrique comportant une pluralité de cellules, de hauteur inférieure à une hauteur déterminée, de forme allongée et disposées suivant une direction à composante radiale par rapport à l'axe de rotation dudit corps, les cellules étant reliées en série entre elles par des conduits internes au corps et externes, caractérisé en ce que ledit corps cylindrique est à paroi épaisse monobloc et a une hauteur au moins égale au double de ladite hauteur déterminée, lesdites cellules étant agencées sur plusieurs niveaux de hauteur dans le corps, les conduits internes au corps étant disposés suivant une direction à composante radiale.

Selon une autre particularité, les cellules, disposées côte à côte dans le corps et reliées en série entre elles par des conduits d'entrée et de sortie débouchant aux extrémités opposées respectives desdites cellules, sont réparties de façon hélicoïdale suivant l'axe de rotation du corps.

Selon une autre particularité, les cellules, disposées côte à côte dans ledit corps et reliées en série entre elles par des conduits d'entrée et de sortie débouchant aux extrémités opposées respectives desdites cellules, sont réparties par plans successifs orthogonaux à l'axe de rotation du corps.

5 Selon une autre particularité, le corps cylindrique comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté de la paroi externe dudit corps, chaque cavité débouchant sur une face du corps par une ouverture agrandie pour insérer un conduit interne associé, des premiers moyens d'obturation démontables recouvrant ladite ouverture et ménageant avec une cloison percée un canal de communication entre la cavité et le conduit interne associé.

10 Selon une autre particularité, le corps cylindrique comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté intérieur et extérieur du corps (1), les cavités étant fermées par des moyens d'obturation comportant des parties cylindriques dans lesquelles sont creusés des canaux de communication pour relier une cavité à un conduit interne associé, lesdits moyens d'obturation étant

15 Selon une autre particularité, le corps cylindrique comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté de la paroi externe dudit corps, chaque cavité comprenant une pluralité de logements pour insérer plusieurs cellules avec leurs conduits internes associés, des premiers moyens d'obturation démontables recouvrant les cellules et conduits internes d'une même cavité.

25 Selon une autre particularité, lesdits premiers moyens d'obturation comprennent un bouchon, une cloison étanche formant sur le corps un élément d'étanchéité, et au moins un élément de fixation du bouchon sur le corps, le bouchon venant en appui sur l'élément d'étanchéité.

30 Selon une autre particularité, les premiers moyens d'obturation comprennent un bouchon pourvu d'un joint d'étanchéité positionné sur une surface d'appui de l'ouverture de la cavité, le bouchon comportant au moins un évidement pour former un canal de liaison entre une cellule et le conduit interne associé.

Selon une autre particularité, le bouchon est maintenu directement ou indirectement par un élément de vissage.

Selon une autre particularité, les cavités comprennent également une ouverture du côté de la paroi interne du corps cylindrique, ladite ouverture étant de section intérieure à une section médiane de la cavité et communiquant avec un canal de liaison entre une cavité et un conduit interne associé à la cavité adjacente, le canal étant formé par un évidement dans des deuxième moyens d'obturation.

Selon une autre particularité, les deuxième moyens d'obturation sont maintenus sur la paroi interne par des moyens de fixation et sont en appui sur un joint d'étanchéité.

Selon une autre particularité, le corps cylindrique monobloc, comportant du titane et/ou de l'aluminium, a un diamètre externe compris entre 20 cm et 2 mètres et comprend au moins 50 logements de cellules.

Selon une autre particularité, le corps cylindrique comprend une série alternée de cellules et de conduits disposés dans un bloc de résine synthétique formé par moulage.

Selon une autre particularité, ladite hauteur déterminée est comprise entre 2 et 50 mm, les cellules étant identiques les unes aux autres et ayant leur plus grande dimension orientée selon une direction radiale.

Selon une autre particularité, l'épaisseur du corps cylindrique, entre sa paroi interne et sa paroi externe, est comprise entre 25 et 500 mm, les cellules ayant leur plus grande dimension comprise entre 0,2 et 0,95 fois ladite épaisseur du corps et orientée selon une direction radiale.

Selon une autre particularité, le corps comporte pour chacune des cellules une ouverture associée et un élément de dispersément pour le garnissage de cellule.

Selon une autre particularité, les cellules comportent une surface intérieure en titane ou acier inoxydable ou polymère fluore, le volume intérieur des cellules étant compris entre 5 et 200 cm<sup>3</sup>.

Selon une autre particularité, un tuyau métallique externe relie les cellules aux conduits internes, les extrémités du tuyau externe étant équipées de raccords du type Swagelok.

L'invention concerne également une utilisation du dispositif tournant pour une opération de séparation/purification de constituants d'un mélange, ces constituants pouvant être notamment des molécules organiques, des cations métalliques, de l'ADN plasmidique.

Cet objectif est atteint par une utilisation du dispositif tournant selon l'invention, caractérisée en ce que ledit corps, monobloc et sensiblement cylindrique, est entraîné en rotation autour de son axe lors d'une opération de séparation/purification pour isoler un composé d'un mélange, un des fluides pouvant être amené à l'état supercritique dans un circuit du dispositif tournant.

L'invention, avec ses caractéristiques et avantages, ressortira plus clairement à la lecture de la description faite en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 représente une vue en perspective d'un mode de réalisation du dispositif selon l'invention, avec répartition hélicoïdale des cellules, la figure 2 représente, selon un mode de réalisation de l'invention, une vue en coupe horizontale de l'intérieur de la paroi du corps cylindrique, la figure 3 illustre de manière schématique la disposition du circuit en série avec alternance de cellules et de conduits dans un mode de réalisation avec répartition hélicoïdale des cellules,

- la figure 4 illustre de manière schématique un exemple de connexion du circuit pouvant être utilisé dans un mode de réalisation avec répartition des cellules symétrique par rapport à l'axe de rotation, les figures 5A, 5B et 5C représentent différentes variantes de réalisation de cellules pouvant être utilisées dans l'invention,

- la figure 6 représente une vue de face d'un mode de réalisation dispositif selon l'invention, avec répartition hélicoïdale des cellules.



L'invention va être à présent décrite en référence aux figures 1, 2, et 3.

A titre d'exemple, le corps cylindrique monobloc (1) à paroi épaisse du dispositif tournant est en titane, inox 316 L ou aluminium avec revêtement en titane ou PVDF (polyfluorure de vinyle). Le matériau employé peut être également un composite, un revêtement en titane ou PVDF pouvant être prévu. Le corps cylindrique (1) peut consister simplement en un bloc de résine synthétique formé par moulage. Dans ce dernier cas, une série alternée de cellules et de conduits sont préalablement disposés dans un moule double cylindrique avant le coulage d'un bloc de résine synthétique. L'épaisseur du corps cylindrique (1) entre sa paroi interne (12) et sa paroi externe (13), est par exemple comprise entre 25 et 500 mm.

Le corps cylindrique (1) comprend une paroi interne (12) et une paroi externe (13) et est apte à être entraîné en rotation autour de son axe (14) disposé verticalement ou horizontalement. Le dispositif selon l'invention peut ainsi être utilisé comme rotor dans un chromatographe de partage centrifuge, un arbre d'entraînement en rotation pouvant par exemple être introduit dans l'espace vide délimité par la paroi interne (12) du corps cylindrique (1). Les moyens d'entraînement du dispositif tournant, d'un type connu, ne sont pas représentés. Le diamètre interne (D1) du corps cylindrique (1), supérieur à quelques centimètres pour permettre notamment le passage d'un arbre de rotation, est par exemple inférieur à 60 cm. Le diamètre externe (D2), supérieur d'au moins 4 centimètres au diamètre interne, est compris par exemple entre 20 et 200 cm.

Comme indiqué sur la figure 1, le dispositif tournant selon l'invention comporte une pluralité de logements (11), formés dans le corps cylindrique (1) et destinés à recevoir notamment des cellules (2). Ces cellules (2), appelées couramment cellules de partage, sont réparties dans la paroi épaisse du corps cylindrique (1), tout autour de son axe de rotation (14). Ces cellules (2) ont une forme allongée et sont disposées suivant une direction à composante radiale par rapport à l'axe de rotation (14) dudit corps (1). Comme illustré à la figure 2, les cellules (2) sont reliées en série entre elles par des conduits (20) internes



au corps et externes (21, 22). En variante, ces conduits (20, 21, 22) peuvent être entièrement internes. Dans un mode de réalisation de l'invention, toutes les cellules (2) ont les mêmes dimensions et une hauteur inférieure à une hauteur déterminée s'élevant par exemple entre 2 et 50 mm. Le corps cylindrique (1) monobloc a une hauteur (H) au moins égale au double de cette hauteur déterminée et les cellules (2) sont agencées sur plusieurs niveaux de hauteur dans le corps (1). Le dispositif tournant est ainsi particulièrement compact et peut comprendre un grand nombre de cellules, par exemple au moins 50 cellules. Dans le mode de réalisation de la figure 1, le corps comporte par exemple 766 logements (11) destinés à accueillir chacun une cellule (2).

Les cellules (2) sont disposées côte à côte dans le corps (1) et reliées en série entre elles par des conduits (20, 21, 22) d'entrée et de sortie débouchant aux extrémités opposées respectives desdites cellules (2). Dans un premier mode de réalisation de l'invention, les cellules (2) sont réparties de façon hélicoïdale suivant l'axe de rotation (14) du corps (1), par exemple sur la majeure partie de la hauteur (H) du corps cylindrique. Comme représenté sur la figure 3, les cellules (2) sont placées de manière radiale par rapport à l'axe de rotation (14) du corps (1) et forment par exemple une hélice circulaire de pas (p) constant. La plus grande dimension des cellules, orientée selon une direction radiale, a une longueur comprise entre 0,2 et 0,95 fois l'épaisseur (e) du corps (1). La connexion entre deux cellules consécutives est réalisée notamment à l'aide d'un conduit interne (20) au corps (1) et de deux conduits externes formant des canaux de liaison (21, 22), de manière à relier les cellules (2) par leurs extrémités opposées. Les conduits internes (20) sont disposés suivant une direction à composante radiale par rapport à l'axe de rotation (14) du corps cylindrique (1).

Dans le dispositif tournant, les connexions d'extrémités sont réalisées avec deux joints tournants situés de part et d'autre du rotor formé par le corps cylindrique (1). Les connexions avec la première et la dernière cellule de partage sont conçues de telle sorte que lors de l'opération de séparation la phase mobile circule dans les cellules (2) de partage :

- dans le sens du champ de force, c'est-à-dire de l'intérieur vers l'extérieur du corps cylindrique (1), si elle correspond à la phase lourde (5) ;
- dans le sens opposé si elle correspond à la phase légère (6).

Dans le cas particulier où le rotor est disposé verticalement, ces connexions sont conçues de telle manière que lorsque la phase lourde (5) constitue la phase mobile, le sens d'écoulement dans le circuit va du haut du rotor vers le bas du rotor et inversement lorsque la phase légère (6) est la phase mobile.

Le champ de force centrifuge (C') créé lors de la rotation du dispositif peut aisément atteindre une centaine de fois et plus l'accélération de la pesanteur. Dans un mode de réalisation de l'invention, la rotation du dispositif tournant s'effectue à des vitesses comprises entre 100 et 1500 tours/min, par exemple 600 tours/min. La robustesse du corps cylindrique (1) et le grand nombre de cellules (2) intégrées dans ce corps permettent une utilisation industrielle du dispositif tournant selon l'invention. Des taux de production relativement élevés peuvent être envisagés avec ce dispositif, la pression supportée pouvant atteindre et même dépasser 150 bars. Les extrémités du circuit jouant les fonctions d'entrée et de sortie sont par exemple reliées à un raccord avec joint tournant vissé sur un axe confondu avec l'axe de rotation (14) du corps cylindrique. Un tube peut permettre de connecter chacune des extrémités à un joint tournant. Dans un mode de réalisation de l'invention, le dispositif tournant peut supporter environ 250 bars de pression.

La figure 2 représente un exemple d'agencement utilisé pour chacune des cellules (2) dans un mode de réalisation de l'invention. Le corps cylindrique (1) comporte dans son épaisseur (e) une pluralité de cavités ouvertes du côté de la paroi externe (13) dudit corps. Chaque cavité comprend un logement (11) pour insérer une cellule (2) et débouche sur une face extérieure du bloc par une ouverture agrandie pour insérer un conduit interne (20) associé. Dans la forme de réalisation présentée à la figure 2, des premiers moyens d'obturation (3) démontables recouvrent l'adite ouverture agrandie. Le matériau formant ou recouvrant les cellules et les conduits (20, 21, 22) est par exemple du titane. De l'acier inoxydable ou un polymère fluore peut également être utilisé à la place

du titane. Le même type de matériau est utilisé pour les raccords de sortie du circuit.

Dans la forme de réalisation présentée à la figure 2, les premiers moyens d'obturation (3) comprennent un bouchon (30) pourvu d'un joint d'étanchéité (33) et comportant au moins un évidement pour former un canal de liaison (21) entre une cellule (2) et le conduit interne (20) associé. Au moins un élément de vissage (31) permet de fixer le bouchon (30). En variante, ces premiers moyens d'obturation (3) peuvent être formés par un bouchon (30) externe et une cloison étanche formant sur le corps (1) un joint d'étanchéité.

Dans un mode de réalisation de l'invention, le bouchon (30) est maintenu directement ou indirectement par ledit élément de vissage (31) et vient en appui sur le joint d'étanchéité (33) positionné sur une surface d'appui de l'ouverture de la cavité. Deux vis permettent par exemple de bloquer le bouchon (30) qui recouvre à la fois une cellule (2) et le conduit interne associé (20). Le corps cylindrique (1) comporte deux parties femelles filetées positionnées à deux extrémités opposées de l'ouverture des cavités pour recevoir lesdites vis. Une pièce intermédiaire (32) est placée entre la tête de chaque vis et l'extrémité du bouchon (30) adjacente à une partie femelle filetée. Un frein effilé peut être prévu pour empêcher le risque de desserrement des éléments de vissage (31) sous l'effet de la force centrifuge. Dans la variante de réalisation de la figure 2, le bouchon (30) comprend au moins une cloison étanche percée pour former un canal de liaison entre la cavité correspondant à une cellule (2) et un conduit interne (20) associé.

Dans des modes de réalisation différents, les cavités ouvertes du côté de la paroi externe incorporent une pluralité de logements pour insérer plusieurs cellules (2) avec des conduits associés. Des moyens d'obturation (non représentés) démontables permettent de recouvrir les cellules (2) et conduits d'une même cavité. Ces moyens d'obturation peuvent comprendre des éléments de vissage analogues aux premiers moyens d'obturation (3). Le bouchon de recouvrement comporte par exemple plusieurs percements pour

former des canaux de liaison venant se positionner en face des cellules (2) et conduits internes (20) associés deux à deux.

Dans un mode de réalisation de l'invention, les cavités comprennent également une ouverture du côté de la paroi interne (12) du corps cylindrique (1). Cette ouverture est bouchée par l'intermédiaire de deuxièmes moyens d'obturation (4) comprenant au moins une pièce de recouvrement (40) avec un évidement pour former un canal de liaison (22) entre une cavité abritant une cellule (2) et un conduit interne (20) associé à la cavité adjacente. Lesdits premiers et seconds moyens d'obturation sont par exemple métalliques, les bouchons (30) et pièces de recouvrement (40) pouvant comporter un revêtement en titane ou acier inoxydable sur leur zone évidée. Ces deuxièmes moyens d'obturation (4) peuvent par exemple être utilisés pour toutes les cavités, sauf celles correspondant aux extrémités d'entrée et sortie du circuit.

La pièce de recouvrement (40) est démontable. Elle comprend un prolongement (41) pouvant être manœuvré pour retirer par desserrement la pièce de recouvrement (40). Les moyens d'obturation (3, 4) peuvent aussi comporter des parties cylindriques dans lesquelles sont creusés des canaux de communication pour relier une cavité à un conduit interne (20) associé. Dans un mode de réalisation de l'invention, l'assemblage de ces moyens d'obturation (3, 4) est réalisé de part et d'autre du corps cylindrique (1) par frettage.

Dans un mode de réalisation de l'invention, un tuyau métallique externe relie les cellules (2) aux conduits internes (21). Les extrémités du tuyau externe peuvent avantageusement être équipées de raccords du type Swagelock pour garantir l'étanchéité du circuit.

L'invention va être à présent décrite en référence aux figures 4, 5A, 5B, 5C et 6.

Dans le mode de réalisation de la figure 4, les cellules (2) sont disposées dans des logements (11) placés côte à côte dans le corps cylindrique (1) monobloc répartis par plans successifs orthogonaux à l'axe de rotation (14) du corps (1). Dans ce mode de réalisation, le nombre de cellules (2) peut être également d'au moins 700. Ainsi, le corps cylindrique (1)

comprend plusieurs "couches" de cellules (2) regroupées chacune sur un même niveau de hauteur, et des conduites de raccordement (23) "inter-couches", externes au corps (1), sont prévues pour relier deux "couches" voisines. Ces conduites de raccordement (23) sont par exemple placées sur la périphérie de la paroi externe (13) comme illustrée sur la figure 4 ou positionnées sur la paroi interne (12). Naturellement, les cavités reliées à ces conduites de raccordement (23) peuvent comporter des moyens d'obturation avec élément d'étanchéité différents des moyens d'obturation (3, 4) utilisés pour les autres cavités.

10 Selon une particularité de l'invention, les cellules (2) ont une section de forme régulière et un volume intérieur compris entre 5 et 200 cm<sup>3</sup>. La section des cellules (2) peut être circulaire (201), oblongue (202) ou rectangulaire (203), comme illustré dans les figures 5A, 5B et 5C. Le corps cylindrique (1) comporte pour chacune des cellules (2) une ouverture associée et un élément de dispersément pour le garnissage de cellule. Ainsi, chaque cellule (2) est amovible et peut être aisément nettoyée ou remplacée. Des tresses de garnissage ou autre élément de dispersément poreux, de grand rapport surface/volume, peuvent être introduites dans les cellules (2) par leur ouverture, située du côté de la paroi externe (13). Ces tresses (non représentées), permettant de favoriser la dispersion de la phase mobile dans la phase stationnaire, occupent par exemple 3% du volume de la cellule. Dans un mode de réalisation de l'invention, la section des conduits associés aux cellules (2) peut être circulaire mais d'autres formes peuvent être envisagées : rectangulaire, oblong etc. Cette section de conduit a des dimensions correspondant à celles du trou d'entrée ou de sortie (200) des cellules (2).

La figure 6 montre un exemple de réalisation du dispositif tournant selon l'invention, les ouvertures externes n'étant pas recouvertes par les premiers moyens d'obturation (3). Dans chaque logement (11) sont disposés une cellule (2) et un conduit interne (20). L'agencement des logements (11) peut être rendu plus compact pour minimiser la hauteur (H) du corps cylindrique (1), par décalage des logements (11) pris deux à deux selon une

direction verticale, comme illustrée à la figure 6. Ce décalage dans l'alignement vertical des logements (11) permet d'augmenter le nombre de cellules (2) tout en conservant une grande robustesse du dispositif tournant.

Un exemple d'application industrielle de l'invention est une utilisation du dispositif tournant dans une opération de séparation/purification visant à isoler un composé d'un mélange. Le corps cylindrique (1) monobloc est alors entraîné en rotation autour de son axe (14) tandis qu'un liquide à au moins deux phases non miscibles est introduit dans un circuit du dispositif tournant. On comprend que la robustesse du dispositif tournant selon l'invention permet de réaliser de manière fiable des séparations de manière industrielle. L'invention est adaptée pour la production de plusieurs centaines de kilogrammes par an de composés de haute valeur ajoutée. L'utilisation notamment de titane et d'aluminium permet l'obtention d'un poids inférieur à 500 kg pour le dispositif tournant, par exemple dans un mode de réalisation de l'invention où le diamètre externe (D2) est inférieur à 75 cm et la hauteur (H) inférieure à 70 cm.

Un carénage peut être prévu pour sécuriser le dispositif tournant. Un système de protection à porte verrouillée peut constituer l'enveloppe d'un chromatographe de partage centrifuge pourvu du dispositif tournant selon l'invention.

20 L'un des avantages du dispositif selon l'invention est de parvenir à atteindre des capacités, par exemple de 25 litres, permettant la séparation de quantités bien plus importantes qu'avec les appareils disponibles sur le marché pour lesquels les capacités sont limitées à 5,4 litres.

Un autre des avantages de l'invention est l'utilisation d'un corps cylindrique (1) monobloc, ne nécessitant pas d'assemblage particulier, et de cellules (2) accessibles individuellement par le démontage des moyens d'obturation.

Un autre des avantages du dispositif tournant est la possibilité de fonctionner à des vitesses de rotation générant des forces centrifuges d'intensités élevées susceptibles d'améliorer l'efficacité chromatographique de

30

certaines systèmes biphasiques de solvants. La vitesse de rotation peut atteindre, dans un mode de réalisation de l'invention, des vitesses de l'ordre de 1500 tours/min.

Un autre des avantages qui découle de l'invention est la possibilité d'utiliser des fluides à l'état supercritique, la pression supportée pouvant atteindre 150 bars.

Il doit être évident pour les personnes versées dans l'art que la présente invention permet des modes de réalisation sous de nombreuses autres formes spécifiques sans l'éloigner du domaine d'application de l'invention comme revendiqué. Par conséquent, les présents modes de réalisation doivent être considérés à titre d'illustration, mais peuvent être modifiés dans le domaine défini par la portée des revendications jointes, et l'invention ne doit pas être limitée aux détails donnés ci-dessus.

## REVENDEICATIONS

1. Dispositif tournant pour chromatographe de partage centrifuge, comprenant au moins un corps cylindrique (1) apte à être entraîné en rotation autour de son axe (14), ledit corps cylindrique (1) comportant une pluralité de cellules (2), de hauteur inférieure à une hauteur déterminée, de forme allongée et disposées suivant une direction à composante radiale par rapport à l'axe de rotation (14) dudit corps (1), les cellules (2) étant reliées en série entre elles par des conduits internes (20) au corps et externes (21, 22), caractérisé en ce que ledit corps cylindrique (1) est à paroi épaisse monobloc et a une hauteur (H) au moins égale au double de ladite hauteur déterminée, lesdites cellules (2) étant agencées sur plusieurs niveaux de hauteur dans le corps (1), les conduits internes (20) au corps (1) étant disposés suivant une direction à composante radiale.
2. Dispositif selon la revendication 1, dans lequel les cellules (2), disposées côte à côte dans le corps (1) et reliées en série entre elles par des conduits (20, 21, 22) d'entrée et de sortie débouchant aux extrémités opposées respectives desdites cellules (2), sont réparties de façon hélicoïdale suivant l'axe de rotation (14) du corps (1).
3. Dispositif selon la revendication 1, dans lequel les cellules (2), disposées côte à côte dans ledit corps (1) et reliées en série entre elles par des conduits (20, 21, 22) d'entrée et de sortie débouchant aux extrémités opposées respectives desdites cellules (2), sont réparties par plans successifs orthogonaux à l'axe de rotation (14) du corps (1).
4. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le corps cylindrique (1) comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté de la paroi externe (13) dudit corps (1), chaque cavité débouchant sur une face du corps par une ouverture agrandie pour insérer un conduit interne (20) associé, des premiers moyens d'obturation (3) démontables recouvrant ladite



ouverture et ménageant avec une cloison percée un canal de communication entre la cavité et le conduit interne (20) associé.

5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le corps cylindrique (1) comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté intérieur et extérieur du corps (1), les cavités étant fermées par des moyens d'obturation (3, 4) comportant des parties cylindriques dans lesquelles sont creusés des canaux de communication pour relier une cavité à un conduit interne (20) associé, lesdits moyens d'obturation (3, 4) étant assemblés de part et d'autre du corps cylindrique (1) par frettage.

6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le corps cylindrique (1) comprend une pluralité de cavités ouvertes du côté de la paroi externe (13) dudit corps (1), chaque cavité comprenant une pluralité de logements (11) pour insérer plusieurs cellules (2) avec leurs conduits internes (20) associés, des premiers moyens d'obturation démontables recouvrant les cellules (2) et conduits internes d'une même cavité.

7. Dispositif selon la revendication 4 ou 5, dans lequel lesdits premiers moyens d'obturation (3) comprennent un bouchon (30), une cloison étanche formant sur le corps (1) un élément d'étanchéité, et au moins un élément de fixation du bouchon sur le corps (1), le bouchon (30) venant en appui sur l'élément d'étanchéité.

8. Dispositif selon la revendication 4, dans lequel les premiers moyens d'obturation comprennent un bouchon (30) pourvu d'un joint d'étanchéité (33) positionné sur une surface d'appui de l'ouverture de la cavité, le bouchon (30) comportant au moins un évidement pour former un canal de liaison (21) entre une cellule (2) et le conduit interne (20) associé.

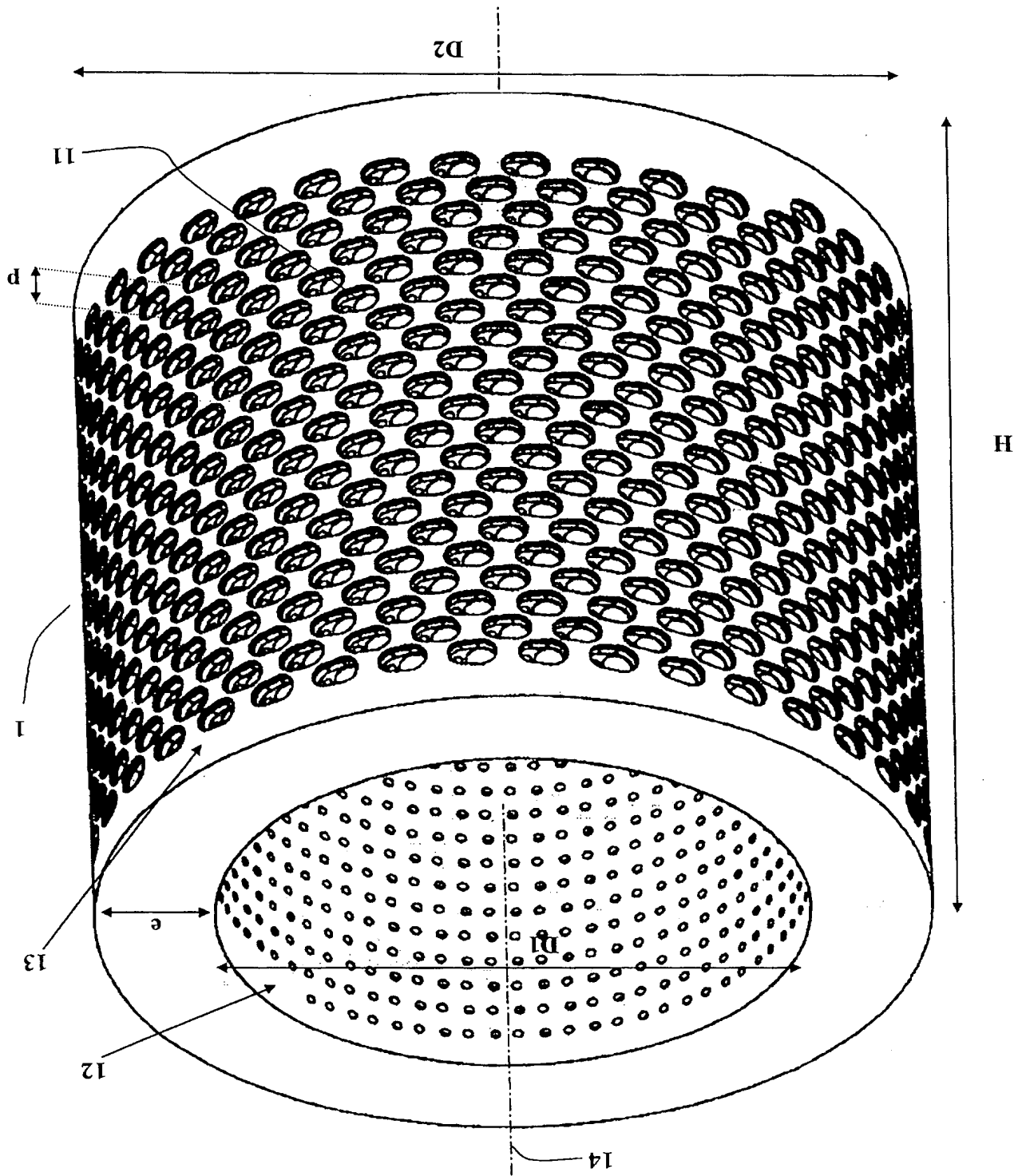
9. Dispositif selon la revendication 7 ou 8, dans lequel le bouchon (30) est maintenu directement ou indirectement par un élément de vissage (31).

10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 4 à 9, dans lequel les cavités comprennent également une ouverture du côté de la paroi interne (12) du corps cylindrique (1), ladite ouverture étant de section intérieure

- à une section médiane de la cavité et communiquant avec un canal de liaison (22) entre une cavité et un conduit interne (20) associé à la cavité adjacente, ledit canal (22) étant formé par un évidement dans des deuxième moyens d'obturation (4).
- 5 11. Dispositif selon la revendication 10, dans lequel les deuxième moyens d'obturation (4) sont maintenus sur la paroi interne par des moyens de fixation et sont en appui sur un joint d'étanchéité.
- 10 12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans lequel le corps cylindrique (1) monobloc, comportant du titane et/ou de l'aluminium, a un diamètre externe (D2) compris entre 20 cm et 2 mètres et comprend au moins 50 logements (11) de cellules (2).
- 15 13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel le corps cylindrique (1) comprend une série alternée de cellules (2) et de conduits (20, 21, 22) disposés dans un bloc de résine synthétique formé par moulage.
- 20 14. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, dans lequel ladite hauteur déterminée est comprise entre 2 et 50 mm, les cellules (2) étant identiques les unes aux autres et ayant leur plus grande dimension orientée selon une direction radiale.
- 25 15. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, dans lequel l'épaisseur (e) du corps cylindrique (1), entre sa paroi interne (12) et sa paroi externe (13), est comprise entre 25 et 500 mm, les cellules (2) ayant leur plus grande dimension comprise entre 0,2 et 0,95 fois ladite épaisseur (e) du corps (1) et orientée selon une direction radiale.
16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, dans lequel le corps (1) comporte pour chacune des cellules (2) une ouverture associée et un élément de dispersément pour le garnissage de cellule (2).
17. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, dans lequel les cellules (2) comportent une surface intérieure en titane ou acier

- inoxydable ou polymère fluoré, le volume intérieur des cellules (2) étant compris entre 5 et 200 cm<sup>3</sup>.
18. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, dans lequel un tuyau métallique externe relie les cellules (2) aux conduits internes (21), les extrémités du tuyau externe étant équipées de raccords du type Swagelok.
19. Utilisation du dispositif tournant selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisée en ce que ledit corps (1), monobloc et cylindrique, est entraîné en rotation autour de son axe (14) lors d'une opération de séparation/purification pour isoler un composé d'un mélange, un des fluides pouvant être amené à l'état supercritique dans un circuit du dispositif tournant.

FIG. 1



1/3

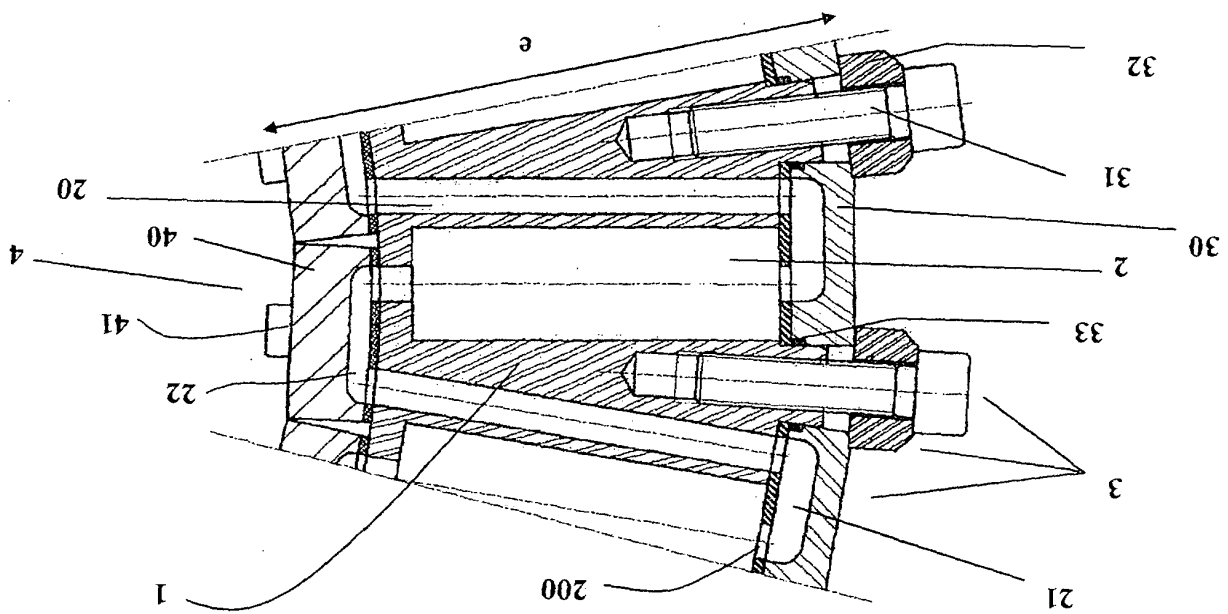


FIG. 2

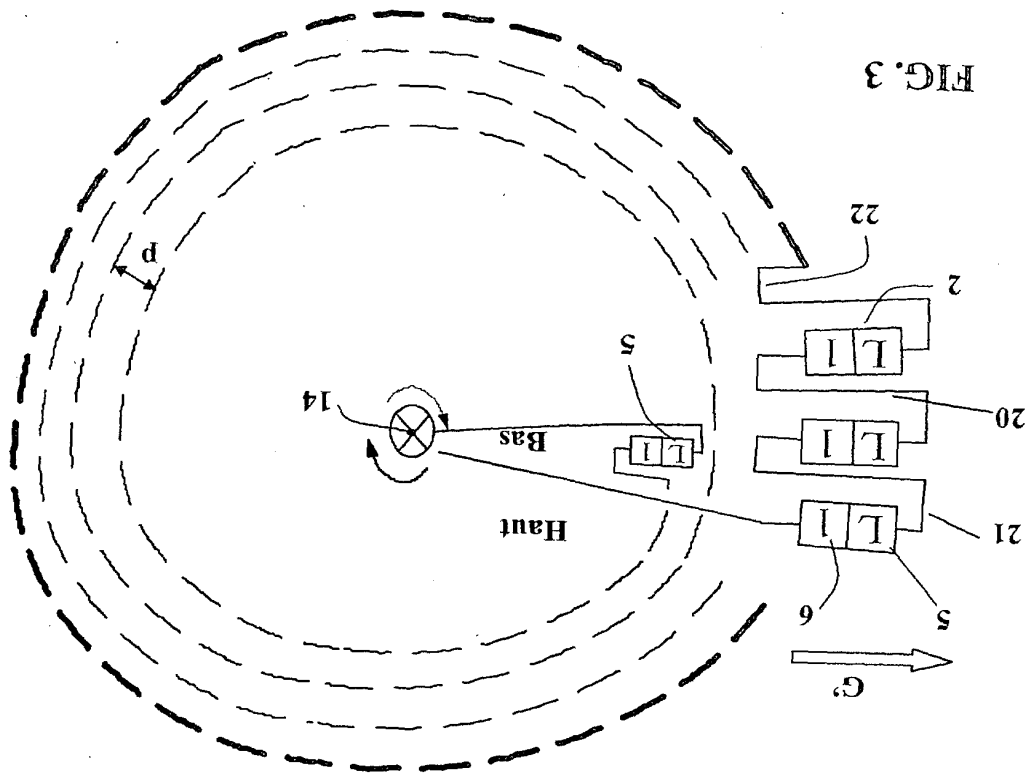


FIG. 3

FIG. 4

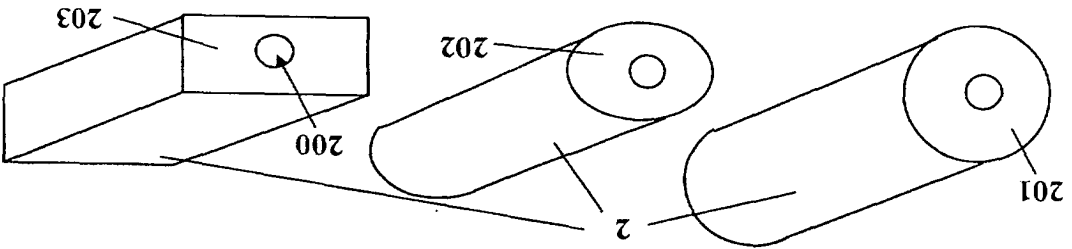
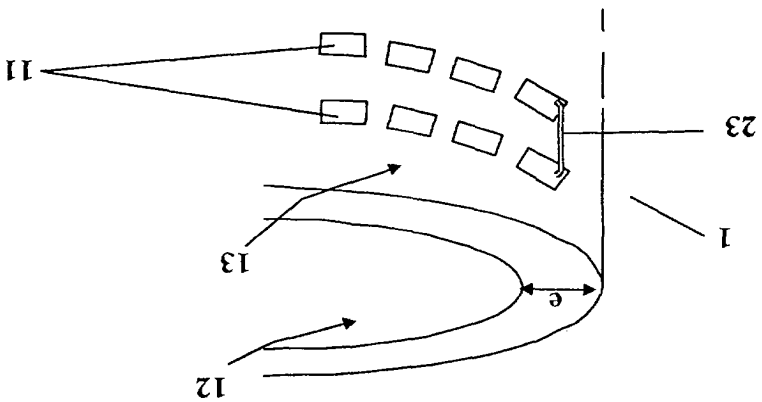
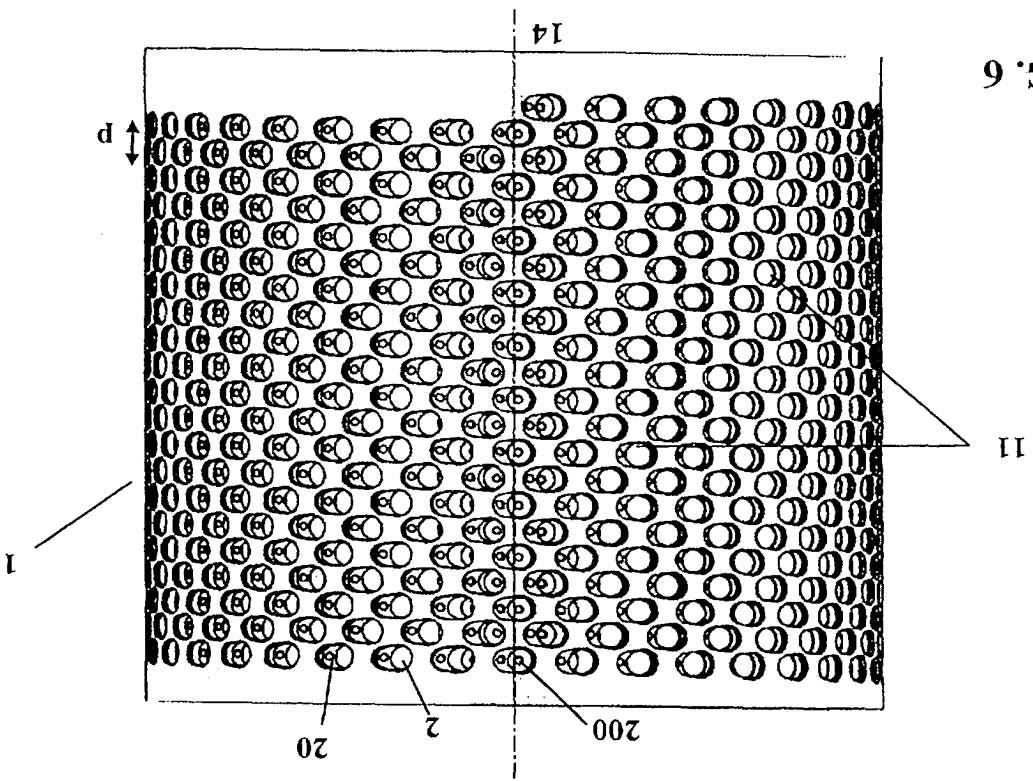


FIG. 5A

FIG. 5B

FIG. 5C

FIG. 6





INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INTELLECTUELLE

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)



N° 11235\*02

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 250899

Vos références pour ce dossier  
(facultatif)  
PARTUS/01/FR

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

0302769

TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Dispositif tournant pour chromatographie de partage centrifuge

LE(S) DEMANDEUR(S) :  
PARTUS TECHNOLOGIES  
2, allée Albert Caquot  
51100 REIMS

DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).

Nom		GARRET			
Prénoms		Pierre			
Adresse		Rue	2, rue du Paquis		
Code postal et ville		90800	BANVILLARS		
Société d'appartenance (facultatif)					
Nom				MARGRAFF	
Prénoms				Rodolphe	
Adresse				17, Grande Rue	
Code postal et ville				77480	VILLENAUXE-LA PETITE
Société d'appartenance (facultatif)					
Nom				RENAULT	
Prénoms				Jean-Hugues	
Adresse				Rue	23, rue de Taissy
Code postal et ville				51100	REIMS
Société d'appartenance (facultatif)					
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Y. DEBAY Mandataire CPI (92-1066)					

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.





# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

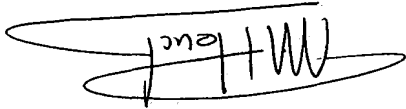
COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le

04 JUIN 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets



Martine PLANCHE



08-02-2009



Attorney's Docket No. 886-011356-US (PAR) **PATENT**

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Express Mail No.: EV 327672745 US

Applicant(s): MARGRAFF et al.

Group No.:  
Examined:  
Filed: Herewith

For: ROTATING DEVICE FOR CENTRIFUGAL PARTITION CHROMATOGRAPH

Commissioner for Patents

P.O. Box 1450

Alexandria, VA 22313-1450

TRANSMITTAL OF CERTIFIED COPY

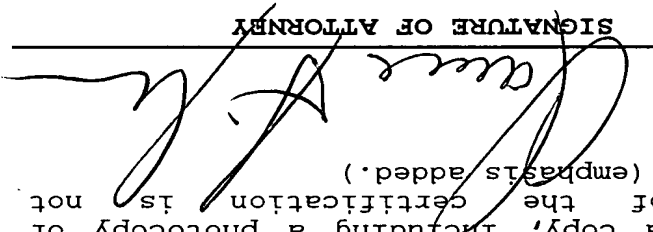
Attached please find the certified copy of the foreign application from which priority is claimed for this case:

Country: France

Application Number: 0302769

Filing Date: March 6, 2003

**WARNING:** "When a document that is required by statute to be certified must be filed, a copy, including a photocopy or facsimile transmission of the certification is not acceptable." 37 CFR 1.4(f) (emphasis added.)

  
SIGNATURE OF ATTORNEY

Clarence A. Green

Type or print name of attorney

Ferman & Green, LLP

P.O. Address

425 Post Road,  
Fairfield, CT 06824

Customer No.: 2512

Tel. No.: (203) 259-1800

Reg. No.: 24,622

NOTE: The claim to priority need be in no special form and may be made by the attorney or agent if the foreign application is referred to in the oath or declaration as required by § 1.63.

(Transmittal of Certified Copy [5-4])

